PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2003-089780

(43) Date of publication of application: 28.03.2003

(51)Int.Cl.

C09J163/00 G02B 6/30

G02B 6/36

(21)Application number: 2001-282843

(71)Applicant: NITTO DENKO CORP

(22)Date of filing:

18.09.2001

(72)Inventor: FUKUSHIMA TAKASHI

IGARASHI KAZUMASA

KITAMURA FUJIO ITO TATSUSHI

(54) ADHESIVE FOR OPTICAL FIBER CONNECTOR AND OPTICAL FIBER CONNECTOR (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an adhesive for optical fiber connectors usable in joining optical paths such as mutual quartz glasses used in the optical fiber connectors or joining an optical fiber to a quartz waveguide, and to provide the optical fiber connectors using the adhesive.

SOLUTION: The adhesive for the optical fiber connectors comprises an epoxy compound having a fluorinated alkylene group or trifluorinated methyl group, a compound having ≥ 2 epoxy group in the molecule and a photopolymerization initiator or a curing agent. An epoxy compound having a cyclohexane ring is preferably used as the compound having the ≥ 2 epoxy group in the molecule.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

26.10.2001

[Date of sending the examiner's decision of

05.10.2004

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号 特開2003-89780 (P2003-89780A)

(43)公開日 平成15年3月28日(2003.3.28)

(51) Int.CL'	識別記号	ΡΙ	テーマコード(多考)
C 0 9 J 163/00		C 0 9 J 163/00	2H036
G 0 2 B 6/30		G 0 2 B 6/30	2H037
6/36		6/36	4J040

審査請求 有 請求項の数10 OL (全 7 頁)

(21)出顧番号	特觀2001-282843(P2001-282843)	(71)出顧人	000003964
			日東電工株式会社
(22)出顧日	平成13年9月18日(2001.9.18)		大阪府炎木市下穂積1丁目1番2号
		(72)発明者	福島 香
			大阪府淡木市下穂積1丁目1番2号 日東
			食工株式会社内
		(72)発明者	五十嵐 一雅
			大阪府炭木市下穂積1丁目1番2号 日東
			電工株式会社内
		(72) 拳艇者	北村富士夫
		(120)2976	大阪府炭木市下穂積1丁目1番2号 日東
			電工株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光ファイパコネクタ用接着剤および光ファイパコネクタ

(57)【要約】

【課題】 光ファイバコネクタに用いられる石英系ガラス同士や、光ファイバと石英系導波路との接合などの光路接合に用いることができる光ファイバコネクタ用接着剤、およびそれを用いてなる光ファイバコネクタを提供する。

【解決手段】 フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基を有するエポキシ化合物と、分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物と、光重合開始剤または硬化剤を含有する。分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物としては、シクロヘキサン環を有するエポキシ化合物を好ましく用いることができる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基を有するエポキシ化合物と、分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物と、光重合開始剤または硬化剤を含有することを特徴とする光ファイバコネクタ用接着剤。

【請求項2】 フッ化アルキレン基を有するエポキシ化合物が、フッ化メチレン基を有するジグリシジル化合物である請求項1記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【請求項3】 フッ化メチレン基を有するジグリシジル 10 化合物が、下記一般式(1)にて表わされる化合物であ る請求項2記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【化1】

(式中、mは2~10の豊数を示す。)

*【請求項4】 フッ化アルキレン基を有するエポキシ化 合物の含有量が、全量の30~80重量%である請求項 1記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【請求項5】 分子内に2個以上のエポキシ基を有する 化合物が、シクロヘキサン環を有するエポキシ化合物で ある請求項1記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【請求項6】 シクロヘキサン環を有するエポキシ化合物が、下記一般式(2)にて表わされる化合物である請求項5記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【化2】

(式中、Rは水楽原子またはメチル基であり、それぞれは同一であっても異なっていてもよく、nは0または1~5の整数を示す。)

【請求項7】 光重合開始剤が、芳香族スルホニウム・ヘキサフルオロアンチモネートである請求項1記載の光ファイバコネクタ用接着剤。

【請求項8】 請求項1~7の何れかに記載の光ファイバコネクタ用接着剤を用いて、光ファイバの先端部が接着固定されていることを特徴とする光ファイバコネクタ。

【請求項9】 光ファイバの先端部が固定されたV-グルーブと、光導波路との間を請求項1~7の何れかに記載の光ファイバコネクタ用接着剤で接着固定してなる請求項8記載の光ファイバコネクタ。

【請求項10】 光ファイバコネクタが封止樹脂で封止されている請求項8または9記載の光ファイバコネクタ。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、光ファイバコネクタ用接着剤およびこれを用いてなる光ファイバコネクタに関し、詳しくは光ファイバコネクタに用いられる石英系ガラス同士や、光ファイバと石英系導波路との接合などの光路接合に用いることができる光ファイバコネクタ用接着剤、およびそれを用いてなる光ファイバコネクタに関するものである。

[0002]

【従来の技術】光通信などにおいて光ファイバ同士の接 続に使用される光ファイバコネクタには、光ファイバの※50

※先端部同士を光薄波路などが利用されており、各種接着 剤が用いられている。接着剤を用いた精密な光ファイバ コネクタ部品を組み立てるに際して、光が通過する光フ ァイバの直径が10μm以下という極めて細い光軸を合 わせて固定、接合する必要があるので、高精度の位置合 30 わせと固定精度が要求される。

【0003】そのために、このような接合に用いる接着 剤には、ズレを防止するための短時間硬化や、石英系ガラスや光ファイバーに対する優れた接着性が要求される のである。さらに、使用状態によっては吸湿条件下での 耐湿接着性も要求されるのことがある。

【0004】従来から、このような接着剤としては、エボキシ樹脂を用いた接着剤が使用されており、例えば、汎用のエポキシ樹脂を用いたカチオン系光硬化型樹脂が使用されている。これらの樹脂は、比較的接着性に優れるものではあるが、ミクロンオーダーの固定精度を発揮させるために、無機粉末を配合して溶液粘度を調整しており、硬化時に照射する紫外線が樹脂表面で吸収されてしまい、樹脂の内部にまで充分に届かず、硬化性が低下する場合がある。また、加熱硬化型樹脂を用いた場合、含有する硬化剤の種類によっては、接合部の硬化物が褐色に変色することがあり、光伝送損失が大幅に増加する恐れがある。

【0005】また、光ファイバコネクタ用接着剤は、硬化後の光屈折率が接合する石英系ガラスなどからなる光ファイバの屈折率に近似することが重要であり、屈折率

を制御することができる透明性の良好な光学用接着剤が 市販されている。しかしながら、これらの接着剤も石英 系ガラスや光ファイバに対して充分な接着性を有するも のではなく、各種光学部品の光路部をミクロンオーダー の精度で接着、固定するには問題があり、組み立て工程 での歩留りの点でも満足できるものではない。

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明者らは 上記従来から用いられている光ファイバコネクタ用接着 同じ光屈折率を有し、かつ石英系ガラスや光ファイバに 対しても優れた接着性を有する接着剤を得ることを目的 に鋭意検討を重ねた。その結果、フッ化アルキレン基ま たはトリフッ化メチル基を有するエポキシ化合物を用い た光ファイバコネクタ用接着剤を用いることで上記目的 を達成することができることを見い出し、本発明を完成 するに至った。

[0007]

【課題を解決するための手段】即ち、本発明はフッ化ア ルキレン基またはトリフッ化メチル基を有するエポキシ 20 化合物と、分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合 物と、光重合開始剤または硬化剤を含有することを特徴 とする光ファイバコネクタ用接着剤を提供するものであ る.

【0008】特に、フッ化アルキレン基を有するエポキ シ化合物がフッ化メチレン基を有するジグリシジル化合 物であり、また、分子内に2個以上のエポキシ基を有す る化合物が脂環式エポキシ化合物であることが好まし 11

【0009】さらに、本発明は上記光ファイバコネクタ 30 用接着剤を用いて、光ファイバの先端部が接着固定され ていることを特徴とする光ファイバコネクタを提供する ものである。

[0010]

【発明の実施の形態】本発明の光ファイバコネクタ用接 着剤は、フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基

を有するエポキシ化合物と、分子内に2個以上のエポキ シ基を有する化合物と、光重合開始剤または硬化剤を含 有することを特徴としており、フッ化アルキレン基また はトリフッ化メチル基を有するエポキシ化合物を含有さ せることによって、光照射もしくは加熱によって硬化し た後の接着剤の光屈折率を石英系ガラスと略同一の値、 具体的には1.44~1.50に調整することができる のである。光屈折率がこの範囲を外れた場合には、石英 系ガラスとの屈折率の整合が不充分となり、光ファイバ 剤が有する問題点を解決するために、石英系ガラスと略 10 や石英系ガラスとの接着接合部での光反射が大きくなっ て、光透過性が低下し、光伝送損失が増加するようにな るのである。

> 【0011】また、フッ化アルキレン基またはトリフッ 化メチル基を有するエポキシ化合物は、石英系ガラスと の接着性を良好にする効果を発揮するのである。また、 フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基を有する エポキシ化合物を含有させることによって、得られる硬 化物の吸湿性も小さくすることができ、耐湿接着強度を 向上させることができるという特性も付与することがで きる.

> 【0012】つまり、フッ化アルキレン基またはトリフ ッ化メチル基を有するエポキシ化合物を含有させて石英 系ガラスとの接着性を強固にし、さらに光屈折率を略同 じにすることによって、光ファイバや石英系ガラスとの 接合部での光反射を最大限小さくすることができるので

【0013】上記フッ化アルキレン基またはトリフッ化 メチル基を有するエポキシ化合物としては、分子内にエ ポキシ基とアルキレン基、またはエポキシ基とメチル基 を有する化合物であって、アルキレン基中の水素原子が フッ素原子で置換されているか、メチル基の水素原子が 全てフッ素原子に置換されているものであれば特に限定 されない。具体的には、下記一般式にて示されるエポキ シ化合物を用いることができる。

[0014] 【化3】

$$\begin{array}{c} CH_2-CHCH_1-O = \begin{pmatrix} CF_3 & CF_3$$

【0015】上記エポキシ化合物のうち、光屈折率の制御のしやすさの点から、分子内にフッ化メチレン基を有するジグリシジル化合物を用いることが好ましく、具体的には下記一般式(1)にて表わされる化合物を用いることができる。

[0016]

(式中、mは2~10の整数を示す。)

【0017】上記一般式(1)で表わされるフッ化メチレン基を有するエポキシ化合物は、例えば、パーフルオロアルキレンジアイオダイドにアリルアルコールを付加させ、次いでアルカリ処理を施してエポキシ化することによって、効率的に製造することができる。

【0018】本発明の接着剤における上記フッ化アルキレン基を有するエボキシ化合物の含有量は、得られる光 40ファイバコネクタ用接着剤全量の30~80重量%、好ましくは40~70重量%の範囲に調整することがよい。含有量が上記範囲を外れると、硬化して得られる硬化物の光屈折率が、上記した石英系ガラスの屈折率に近*

*似する範囲(1.44~1.50)を外れて、接着接合 部での光反射が大きくなり、光伝送損失が大きくなるの である。

【0019】本発明の光ファイバコネクタ用接着剤における分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物は、汎用のエポキシ樹脂と呼ばれる化合物を用いることができる。具体的には、ビスフェノール型エポキシ樹脂、ノジシジルエーテル型エポキシ樹脂、グリシジルエステル型エポキシ樹脂などを用いることができる。また、これらのエポキシ樹脂は本発明の接着剤において、作業時の粘度調整や硬化性向上に効果を発揮するものであり、常温で液状の性状を有するものが好適である。

【0020】これらのエボキシ樹脂のうち、紫外線照射時の硬化性向上の点から、シクロヘキサン環を有するエボキシ化合物を用いることが好ましい。さらに、シクロヘキサン環を有するエボキシ化合物のうち、低粘度であり、しかも紫外線照射時の硬化性が良好であるという点から、下記一般式(2)にて表わされる化合物であるエボキシ化合物を用いることが好ましい。 【化5】

(式中、Rは水素原子またはメチル基であり、それぞれは同一であっても男なっていてもよく、nは0または1~5の整数を示す。)

【0021】上記一般式(2)で表わされるエポキシ化合物において、繰り返し単位であるnの値は、0または1~5の整数であるが、0または1~3の整数とすることが好ましい。nが6以上になると、加熱もしくは光照射した場合の硬化性に劣る傾向を示すので好ましくないのである。

【0022】このような一般式(2)にて表わされる化合物を用いる場合には、前記フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基を有するエボキシ化合物との合計量の20~70重量%、好ましくは30~65重量%の範10囲になるように調整することがよい。含有比率が上記範囲を外れると、硬化して得られる硬化物の光屈折率が、上記した石英系ガラスの屈折率に近似する範囲(1.44~1.50)を外れて、接着接合部での光反射が大きくなり、光伝送損失が大きくなったり、石英系ガラスや光ファイバーとの接着性が低下する傾向を示すのである。

【0023】上記した分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物は、得られる光ファイバコネクタ用接着剤全量の10~50重量%、好ましくは20~40重量%20の範囲に調整することがよい。含有量が上記範囲を外れると、紫外線硬化性が低下すると共に、光屈折率も最適範囲を外れるようになる傾向を示すので好ましくない。【0024】本発明の光ファイバコネクタ用接着剤における光重合開始剤または硬化剤は、本発明の接着剤を硬化させるための成分であり、光重合開始剤を含有させた場合には、紫外線などの光を照射し、硬化剤を含有させた場合には、紫外線などの光を照射し、硬化剤を含有させた場合には、加熱処理を施して硬化させるのである。

【0026】一方、熱硬化させる場合に用いる上記硬化 剤としては、従来からエボキシ樹脂の硬化剤として汎用されている硬化剤を用いることができる。具体的には、ジエチレントリアミンやトリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、1,3,6ートリスアミノメチ 40 ルシクロヘキサン、ボリエーテルポリアミン、ジエチルアミノプロピルアミン、イソホロンジアミン、ビス(4ーアミノー3ーメチルヘキシル)メタン、Nーアミノエチルピペラジン、メタキシレンジアミン、メタフェニレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン、ジアミノジフェニルスルホン、3,9ービス(5ーアミノプロピル)ー2,4,6,10ーテトラスピロ[5,5]ウンデカン、ジアミノエチル化ポリアミン、2ーメチルイミダゾール、2ーエチルー4ーメチルイミダゾールなどのアミン類や、フェノールノボラックやoークレゾールノボラ 50

ック、ボリビニルフェノール、2,2-ビス(4'-ヒ ドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(4'-ヒ ドロキシフェニル)パーフルオロプロパンなどのフェノ ール類、フタル酸やトリメリット酸、ピロメリット酸、 ベンゾフェノンテトラカルボン酸、マレイン酸、コハク 酸、テトラヒドロフタル酸、メチルテトラヒドロフタル 酸、メチルナジック酸、ヘキサヒドロフタル酸、メチル ヘキサヒドロフタル酸などの酸無水物を用いることがで **2

R

【0027】なお、上記硬化剤を本発明の接着剤に含有させる場合には、必要に応じて硬化促進剤を含有させることが好ましい。硬化促進剤としては、例えば、三級アミン類や有機ホスフィン類などの従来からエボキシ樹脂に併用されている硬化促進剤を任意の量で配合することができる。

【0028】上記光重合開始剤または硬化剤の含有量は、上記フッ化アルキレン基またはトリフッ化メチル基を有するエポキシ化合物と分子内に2個以上のエポキシ基を有する化合物との総量100重量部に対して光重合開始剤の場合には、1~8重量部%、好ましくは4~8重量部、熱硬化用の硬化剤の場合には、4~10重量部%、好ましくは6~8重量部の範囲に調整することがよい。含有量が上記範囲を外れると、貯蔵安定性(ボットライフ)が低下する傾向を示すので好ましくない。

【0029】本発明の光ファイバコネクタ用接着剤には 上記各成分に加えて、接着性をさらに向上させるための シラン系カップリング剤やチタン系カップリング剤、可 撓性付与剤としての合成ゴムやシリコーン化合物、その 他各種酸化防止剤や消泡剤などを適宜配合することがで きる。

【0030】本発明の光ファイバコネクタ用接着剤は、 光ファイバの先端部が接着固定することによって光ファ イバコネクタを構成することができる。特に、図1に示 すように、光ファイバの先端部が固定されたVーグルー ブと、光導波路との間を、上記した本発明の光ファイバ コネクタ用接着剤で接着固定することによって、本発明 の硬化を最大限に発揮することができる光ファイバコネ クタが得られるのである。

【0031】さらに、上記のようにして得られる光ファイバコネクタは、通常のエポキシ樹脂からなる封止材で 封止することによってコネクタ部を強固に、かつ耐湿性 良好に封止してなる光モジュールパッケージとすること ができるのである。

[0032]

【実施例】次に、本発明を実施例を用いて、さらに具体 的に説明する。

【0033】実施例1~4および比較例1 表1に示す配合によって光ファイバコネクタ用接着剤を 調製した。

50 [0034]

		(重量部)			
	実施例 1	実施例 2	実施例3	実施例4	比較例2
玤" 抄化合物1	50	30	40		_
耳		_		50	_
玤" 钞化合物3	5 0	70	60	50	50
球" 抄化合物4			_		50
光重合開始新	4	4		4	4
硬化剂	_ ~		94		_
硬化促進剤		_	2	_	_
酸化防止剤	1	1	1	1	1
消泡剤	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02	0. 02
風折寧 (nd)	1. 47	1. 49	1. 48	1. 50	1. 53
初期接着強度	0. 4			0. 3	0. 4
(MPa, 200°C)		0. 4	0. 4		
耐湿接着強度	0. 2	0. 2		2 0. 2	0. 2
(MPa, 200°C)		0. 2	0. 2		

[0035]

【化6】

【表1】

球" 钞化合物 3:

耳 钞化合物1:

[0038]

【化9】 ヸ 钞化合物4:

[0036]

[0037]

【化7】

ヸ 抄化合物2:

【0039】光重合開始剤:スルホニウム・ヘキサフル オロアンチモネート塩 (旭電化社製、SP-170)

[0040]

*40 【化10】

【化8】

日立化成社製、NH-8210) 硬化剤(酸無水物):

【0041】硬化促進剤:アミン系硬化促進剤(味の素 ※製)

社製、アミキュアーMY-24)

【0044】上記各実施例および比較例にて調製した光

【0042】酸化防止剤: HCA (三光化学社製)

ファイバコネクタ用接着剤を以下の条件で硬化させ、硬

【0043】消泡剤: KS-68(信越シリコーン社 ※50 化物の屈折率、初期接着強度、耐湿接着強度を測定し、

その結果を上記表1に併記した。

【0045】 <光重合開始剤を配合した場合>500W のUVランプ(高圧水銀ランプ)を用い、60秒間照射。

<硬化剤を配合した場合>150℃で30分間加熱。

【0046】<屈折率>25℃の雰囲気下で、アッベ屈 折率計を用いて測定した。

【0047】<初期接着強度および耐湿接着強度>石英ガラス板(3.3mm経×3.3mm機×5mm厚み)に各実施例および比較例にて調製した接着剤0.1gを 10均一に塗布し、同じ大きさの石英ガラス板を貼り合わせて接着片とした。貼り合せ後、200℃の温度条件下で1分間経過した際の剪断剥離強度を測定して初期接着強

12

度とした。また、121℃、1.00%R. H. 、2気圧 のプレッシャークッカードテスト条件下で24時間放置 後、200℃で剪断剥離強度を測定して耐湿接着強度と した。

[0048]

【発明の効果】以上のように、本発明の光ファイバコネクタ用接着剤は、硬化性および接着強度が充分であり、しかも得られる硬化物の光屈折率は1.44~1.50の範囲であり、石英系ガラスとの屈折率の整合性に優れているので、石英系精密光学部品における光路接合に用いた場合に光透過性に優れ、光伝送損失が少ないという効果を奏するものである。

フロントページの続き

(72)発明者 伊藤 達志

大阪府茨木市下穂積1丁目1番2号 日東 電工株式会社内 F ターム(参考) 2H036 MA03 2H037 BA24 DA04 DA12 DA17 4J040 EC041 EC151 HD18 HD23

JB08 KA13 KA16 NA17